

**NEW POLYMER AND LIGHT-EMITTING ELEMENT USING THE SAME**

**Patent number:** JP2002302516  
**Publication date:** 2002-10-18  
**Inventor:** TAGUCHI TOSHIKI  
**Applicant:** FUJI PHOTO FILM CO LTD  
**Classification:**  
**- international:** C08F12/26; C08F12/32; C08F26/12; C09K11/06;  
H05B33/14; C08F12/00; C08F26/00; C09K11/06;  
H05B33/14; (IPC1-7): C08F12/32; C08F12/26;  
C08F26/12; C09K11/06; H05B33/14  
**- european:**  
**Application number:** JP20010104580 20010403  
**Priority number(s):** JP20010104580 20010403

**Report a data error here**

**Abstract of JP2002302516**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a new polymer, and to provide a light emitting element including the polymer and excellent in high-luminance emission, high luminous efficiency and durability.

**SOLUTION:** This polymer is represented by the general formula (1) [wherein, A is a monomer unit having a hole-transportable partial structure and an electron-transportable partial structure in the identical monomer unit; B is a monomer unit having another structure; m is an integer of  $\geq 1$ ; n is an integer of  $\geq 0$ ; and p and q each represent molar fraction (%), p is 1-100 (%), q is 0-99 (%) and  $p+q=100$  (%)]. The other objective light-emitting element is characterized by including the polymer.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



This Page Blank (uspto)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-302516

(P 2 0 0 2 - 3 0 2 5 1 6 A)

(43) 公開日 平成14年10月18日 (2002. 10. 18)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード (参考)
C08F 12/32		C08F 12/32	3K007
12/26		12/26	4J100
26/12		26/12	
C09K 11/06	680	C09K 11/06	680
	690		690

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全17頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-104580 (P 2001-104580)

(22) 出願日 平成13年4月3日 (2001. 4. 3)

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社  
神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 田口 敏樹

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真  
フイルム株式会社内

(74) 代理人 100105647

弁理士 小栗 昌平 (外4名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 新規ポリマーおよびそれを用いた発光素子

(57) 【要約】

【課題】 新規ポリマー、及び該ポリマーを含有した高輝度発光および高発光効率、耐久性に優れる発光素子を提供する。

【解決手段】 下記一般式 (1) で表されるポリマーおよびそれを含有することを特徴とする発光素子。

【化1】



(式中、Aは同一モノマーユニット内にホール輸送性の部分構造と電子輸送性の部分構造を含むモノマーユニットを表す。Bはそれ以外の構造を有するモノマーユニットを表す。mは1以上の整数を表し、nは0以上の整数を表す。p及びqはそれぞれモル分率 (%) を意味し、pは1~100 (%) を表し、qは0~99 (%) を表す。p+q=100 (%) である。)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(1)で表されるポリマー。

【化1】



(式中、Aは同一モノマーユニット内にホール輸送性の部分構造と電子輸送性の部分構造を含むモノマーユニットを表す。Bはそれ以外の構造を有するモノマーユニットを表す。mは1以上の整数を表し、nは0以上の整数を表す。p及びqはそれぞれモル分率(%)を意味し、pは1~100(%)を表し、qは0~99(%)を表す。p+q=100(%)である。)

【請求項2】 一般式(1)中のA中に含まれる、ホール輸送性の部分構造の少なくとも1つがピロール、チオフェン、フラン、もしくはその縮合環誘導体を含むモノマーユニットであることを特徴とする請求項1に記載のポリマー。

【請求項3】 一般式(1)中のA中に含まれる、電子輸送性の部分構造の少なくとも1つが、1つの環系に2つ以上のヘテロ原子を含有するヘテロ環誘導体を含むモノマーユニットであることを特徴とする請求項1に記載のポリマー。

【請求項4】 一般式(1)中のAまたはBで表されるモノマーユニットの少なくとも1つが炭素数4以上のバラスト基を含有することを特徴とする請求項1~3に記載のポリマー。

【請求項5】 一般式(1)中のモノマーユニットがビニルモノマーユニットであることを特徴とする請求項1~4に記載のポリマー。

【請求項6】 陽極、陰極間に、少なくとも1種以上のポリマーを塗設して成る発光素子において、該ポリマーの少なくとも1つが請求項1~5に記載のポリマーを含有することを特徴とする発光素子。

【請求項7】 発光材料として三重項励起子からの発光が可能な発光材料を、少なくとも1種使用することを特徴とする請求項1~6に記載の発光素子。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、新規ポリマー、及び該ポリマーを含有した高輝度発光および高発光効率、耐久性に優れる発光素子に関する。

## 【0002】

【従来の技術】今日、種々の表示素子に関する研究開発が活発であり、中でも、有機エレクトロルミネッセンス(EL)素子は、低電圧で高輝度の発光を得ることができ、有望な表示素子として注目されている。例えば、有機化合物の蒸着により有機薄膜を形成するEL素子が知られている(Applied Physics Letters, 51, p. 913~, (1987))。該文献記載の有機EL素子は電子輸送材料と正孔輸送材料の積層構造を有し、従来の単層型素子に比べてその発光特性が大幅に向上している。

【0003】この積層型素子では、素子材料として低分子有機材料を蒸着することにより素子を形成している。有機EL素子に用いられているような薄膜を形成する技術としては、上記の文献にあるような真空蒸着法、スパッタ法、CVD、PVD、溶剤を用いた塗布法等、種々の方法を使用することができる。この詳細については、いくつかの成書にもその内容が記述されている。その一例を挙げると、ORGANIC ELECTROLUMINESCENT MATERIALS AND DEVICES (OPA, Amsterdam, 1997)、有機EL素子とその工業化最前線(エヌ・ティー・エス, 1998)等がある。発明者は薄膜形成技術として、有機化合物、特に有機高分子材料を溶液塗布する方法について検討を行ってきた。有機高分子材料の場合、素材単独で欠陥の少ない薄膜を形成することが可能であり、形成された薄膜の物理的、化学的堅牢性にも優れるという特徴を有する。

【0004】しかしながら、電子輸送性、電子注入性、正孔輸送性、正孔注入性、発光性など種々の機能を有する材料を複数発光素子に使用する場合、有機高分子材料では、混合時に相分離などが起きることが多く、性能に問題のあることがわかった。また、低分子化合物をポリマー材料と混合して使用した場合でも、耐久性の面で問題があることがわかってきた。

【0005】上記の欠点を改良する試みとして、種々の機能を有するモノマー同士を共重合する方法が考えられるが、発明者がこの方法を種々検討してみたところ、単純な共重合体では十分な性能が得られないことがわかった。

【0006】一般に発光素子では、正孔輸送性化合物と電子輸送性化合物を積層もしくは同一層に使用して、発光効率を向上させることが可能である。発明者は、塗布型有機EL素子において材料を複数使用する素子の検討を行ってきた。塗布型の発光素子に使用する発光素子材料としては、正孔輸送性化合物としてピロール、チオフェン、フランなどの電子過剰性ヘテロ芳香族化合物が有効である。また、電子輸送性化合物としてはヘテロ含子を複数含む電子欠損性ヘテロ芳香族化合物が有効である。しかしながら、先述の通り、複数の機能性材料を発光素子に使用する場合、有機高分子材料同士では、低い発光性能しか得られないことがわかった。また、低分子化合物をポリマー材料と混合して使用した場合には、耐久性の面で問題があることがわかった。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、第1に新規なポリマーを開発することにある。そして第2に、それを使用した高輝度で、かつ良好な発光効率で発光し、耐久性に優れた発光素子を開発することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、下記に記載のポリマーおよび発光素子によって達成された。

1. 下記一般式(1)で表されるポリマー。

【0009】

【化2】



【0010】(式中、Aは同一モノマーユニット内にホール輸送性の部分構造と電子輸送性の部分構造を含むモノマーユニットを表す。Bはそれ以外の構造を有するモノマーユニットを表す。mは1以上の整数を表し、nは0以上の整数を表す。p及びqはそれぞれモル分率(%)を意味し、pは1~100(%)を表し、qは0~99

(%)を表す。p+q=100(%)である。)

2. 一般式(1)中のAに含まれる、ホール輸送性の部分構造の少なくとも1つがピロール、チオフェン、フラン、もしくはその縮合環誘導体を含むモノマーユニットであることを特徴とする前記1に記載のポリマー。

3. 一般式(1)中のAに含まれる、電子輸送性の部分構造の少なくとも1つが、1つの環系に2つ以上のヘテロ原子を含有するヘテロ環誘導体を含むモノマーユニットであることを特徴とする前記1に記載のポリマー。

4. 一般式(1)中のAまたはBで表されるモノマーユニットの少なくとも1つが炭素数4以上のバラスト基を含有することを特徴とする前記1~3に記載のポリマー。

5. 一般式(1)中のモノマーユニットがビニルモノマーユニットであることを特徴とする前記1~4に記載のポリマー。

6. 陽極、陰極間に、少なくとも1種以上のポリマーを塗設して成る発光素子において、該ポリマーの少なくとも1つが前記1~5に記載のポリマーを含有することを特徴とする発光素子。

7. 発光材料として三重項励起子からの発光が可能な発光材料を、少なくとも1種使用することを特徴とする前記1~6に記載の発光素子。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。なお本明細書において「~」はその前後に記載される数値を、それぞれ最小値および最大値として含む範囲を示す。

【0012】はじめに一般式(1)で表されるポリマーについて説明する。式中、Aは同一モノマーユニット内にホール輸送性の部分構造と電子輸送性の部分構造を含むモノマーユニットを表す。本発明におけるモノマーユニットとは、繰り返し単位を意味する。本発明のモノマーユニット内にホール輸送性の部分構造と電子輸送性の部分構造が存在するが、ポリマー主鎖からの2つの部分構造の順序および距離は特に制限されない。ホール輸送性の部分構造の代表的な化合物群としては、第一に1~3級窒素原子を有する化合物、すなわちアミン誘導体が挙げられる。その中でも、芳香族炭化水素あるいはヘテロ芳香族化合物が置換したアミンが好ましく、特にその

中でも、置換基のすべてが芳香族炭化水素、あるいはヘテロ芳香族化合物である3級アミンが好ましい。

【0013】次に、電子過剰なヘテロ芳香族化合物について説明する。例として、ヘテロ原子が環構造の中に1つ含まれる5員環型のヘテロ芳香族、並びにこれら同士、あるいは芳香族炭化水素と縮合したタイプの化合物を挙げることができる。その一例を列挙すると、例えばピロール、チオフェン、フラン、インドール、カルバゾール、ベンゾチオフェン、ベンゾフラン、ジベンゾチオフェン、ジベンゾフラン、インドリジンなどを挙げることができる。さらに、窒素原子を有する化合物として、ヒドラゾン化合物、ピラズロン化合物、ヒドロキシアミン化合物、アルコキシアミン化合物なども正孔輸送性の基として使用可能である。

【0014】上記の環構造群の中でも、本発明においてはピロール、チオフェン、フランならびにその芳香族およびヘテロ芳香族縮合環誘導体を含むものが好ましい。ピロール、チオフェン、フランは $\pi$ 電子過剰ヘテロ芳香族環と称される一群の構造に属する化合物群であり、本発明ではその誘導体を含むモノマーユニットを使用する。

【0015】上記誘導体としては、ピロール、チオフェン、フランのベンゾ縮合体(例えばインドール、カルバゾール、ベンゾチオフェン、ジベンゾチオフェン、ベンゾフラン、ジベンゾフラン等)を挙げることができる。その他に、インドリジン、チエノチオフェン、チエノピロール、イソインドールなどを挙げることができる。これらの中でも、本発明ではピロール誘導体を含むモノマーユニットが好ましく、特にカルバゾールが好ましく使用される。

【0016】電子輸送性の部分構造について述べる。電子輸送性を有する基としては、当該分野では種々の構造の化合物が公知であり、特にヘテロ芳香族環が有効な基として使用される。

【0017】上記ヘテロ芳香族環として、2つ以上のヘテロ原子を有する含窒素5員環型ヘテロ芳香族化合物が挙げられる。その例として、ピラゾール、イミダゾール、オキサゾール、チアゾール、トリアゾール(1,2,3-および1,2,4-)、テトラゾール、オキサジアゾール(1,2,4-, 1,2,5-および1,3,4-)、チアジアゾール(1,2,4-, 1,2,5-および1,3,4-)、などを挙げることができる。これら同士、あるいは芳香族炭化水素と縮合したタイプの化合物も同様に使用可能である。

【0018】また同様に上記ヘテロ芳香族環として、環電子不足の含窒素6員環型ヘテロ芳香族化合物が挙げられる。その例として、ピリジン、ピリダジン、ピリミジン、ピリダジン、トリアジンなどを挙げることができる。これらの化合物についても、これら同士、あるいは芳香族炭化水素、5員並びに6員環型のヘテロ芳香族と縮合したタイプの化合物も同様に使用可能である。その

一例としては、例えばキナゾリン、キノキサリンなどを挙げることができる。

【0019】本発明では、上記ヘテロ芳香族環としてその中でも、1つの環系に2つ以上のヘテロ原子を含有するヘテロ環誘導体を含むものが好ましい。このようなヘテロ環としては、イミダゾール、ピラゾール、ピリダジン、ピリミジン、ピラジン、オキサゾール、チアゾール、イソオキサゾール、イソチアゾール、トリアゾール、テトラゾール、オキサジアゾール、チアジアゾール等、およびその縮合環を挙げることができる。本発明ではこの中でも特に1,3,4-オキサジアゾール誘導体が好ましく使用される。

【0020】本発明において、上記のようなホール輸送性と電子輸送性という2つの性質を有する構造が、同一ユニット内に含有されるモノマーから誘導されるポリマーを使用する。

【0021】一般式(1)におけるBは、A以外の構造を有するモノマーユニットを表す。ポリマーを形成する際のモノマーユニットの重合様式はビニル重合、縮重合、開環重合、アリールカップリング重合等、種々の重合反応によるポリマー形成を行うことができるが、本発明では特にビニル重合モノマーの重合によるポリマー形成反応が好ましい。Bのモノマーユニットとして、ビニル重合モノマー(例えばスチレン、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル、ビニルエーテル、置換アリル等)が好ましい。

【0022】また、Bのユニットとして、ホール輸送性のみを有するモノマーユニットや、電子輸送性のみを有するモノマーユニットを用いることも可能である。

【0023】本発明のポリマーでは、A、Bの少なくとも1つのモノマーユニット中に、炭素数4以上のパラスト基が置換されているものが好ましく用いられる。パラスト基とは、炭素数4以上の油溶性基のことを表し、本発明のポリマーを有機溶媒に可溶化させるために導入される。該パラスト基としては、アルキル基、アルコキシ基、エステル基、アミド基、スルホンアミド基等を挙げることができる。また、これらが2つ以上の結合手を持ち、連結している場合も含まれる。本発明で使用されるパラスト基として好ましくはアルキル基、アルコキシ基であり、その炭素数は4以上、好ましくは8以上20以下であって、直鎖状および分岐のいずれも使用可能である。

【0024】一般式(1)中、mは1以上の整数を表し、nは0以上の整数を表す。pは1~100の整数を表し、qは0~99の整数を表す。p+q=100である。mとして好ましくは1~3、nとして好ましくは0~2であり、さらに好ましくはmが1~2、nが0である。pとして好ましくは10~100、qとして好ましくは0~90であり、さらに好ましくはpが50~100、qが0~50である。

【0025】本発明のモノマーユニットには、パラスト基としての機能のもの以外にも種々の置換基が置換可能である。その例を以下に列挙する。ハロゲン原子(例えばフッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子)、シアノ基、ホルミル基、もしくは置換あるいは無置換のアルキル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、メチル基、t-ブチル基、シクロヘキシル基などが挙げられる。)、アルケニル基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~15である。例えば、ビニル基、1-プロペニル基、1-ブテン-2-イル基、シクロヘキセン-1-イル基などが挙げられる。)、アルキニル基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~15である。例えばエチニル基、1-プロピニル基などが挙げられる。)、アリール基(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~15である。例えば、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基、ピフェニル基、ピレニル基などが挙げられる。)、

【0026】ヘテロ環基(好ましくは5または6員環であり、他の環と縮合しても良い。ヘテロ原子としては、例えば窒素原子、酸素原子、硫黄原子が挙げられる。好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~15である。例えば、ピリジル基、ピペリジル基、オキサゾリル基、オキサジアゾリル基、テトラヒドロフリル基、チエニル基などが挙げられる。)、1~3級アミノ基(アミノ基、アルキルアミノ基、アリールアミノ基、ジアルキルアミノ基、ジアリールアミノ基、アルキルアリールアミノ基、ヘテロ環アミノ基、ビスヘテロ環アミノ基など。好ましくは3級アミノ基であり、炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~16である。例えばジメチルアミノ基、ジフェニルアミノ基、フェニルナフチルアミノ基などが挙げられる。)、イミノ基( $-CR_{11}=NR_{12}$ または $-N=CR_{13}R_{14}$ で表される基。ここで $R_{11} \sim R_{14}$ は水素原子、アルキル基、アリール基、ヘテロ環基、アルコキシ基、アリールオキシ基、1~3級アミノ基から選ばれる基である。好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。)、

【0027】アルコキシ基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、メトキシ基、エトキシ基、シクロヘキシルオキシ基などが挙げられる。)、アリールオキシ基(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~15である。例えば、フェノキシ基、1-ナフトキシ基、4-フェニルフェノキシ基などが挙げられる。)、アルキルチオ基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、メチルチオ基、エチルチオ基、シクロヘキシルチオ基などが挙げられる。)、アリールチオ基(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~15である。例えば、フェニルチオ基、トリルチオ基などが挙げられる。)、カルボンアミド基(好ましくは炭素数1~30、より好まし

くは炭素数1~15である。例えば、アセトアミド基、ベンゾイルアミド基、N-メチルベンゾイルアミド基などが挙げられる。)、スルホンアミド基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、メタンスルホンアミド基、ベンゼンスルホンアミド基、p-トルエンスルホンアミド基などが挙げられる。)、カルバモイル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、無置換のカルバモイル基、メチルカルバモイル基、ジメチルカルバモイル基、フェニルカルバモイル基、ジフェニルカルバモイル基、ジオクチルカルバモイル基などが挙げられる。)、

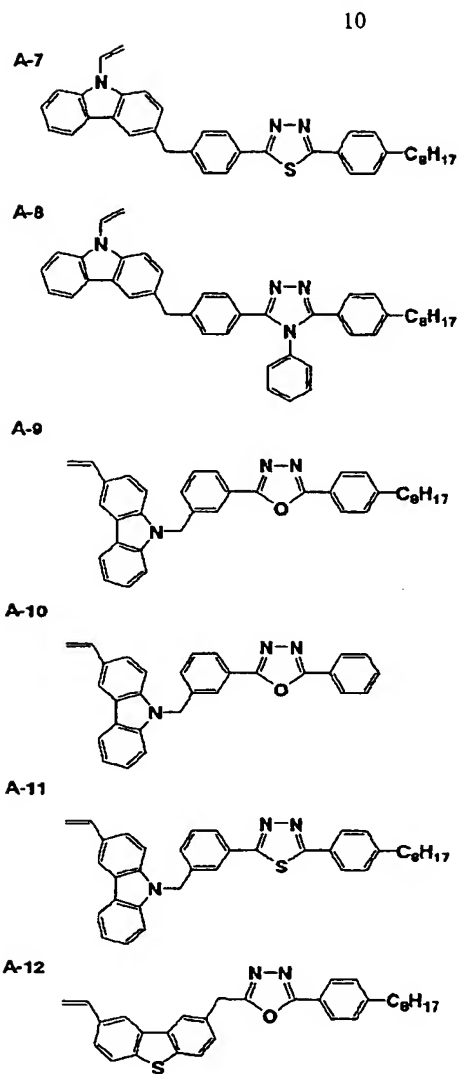
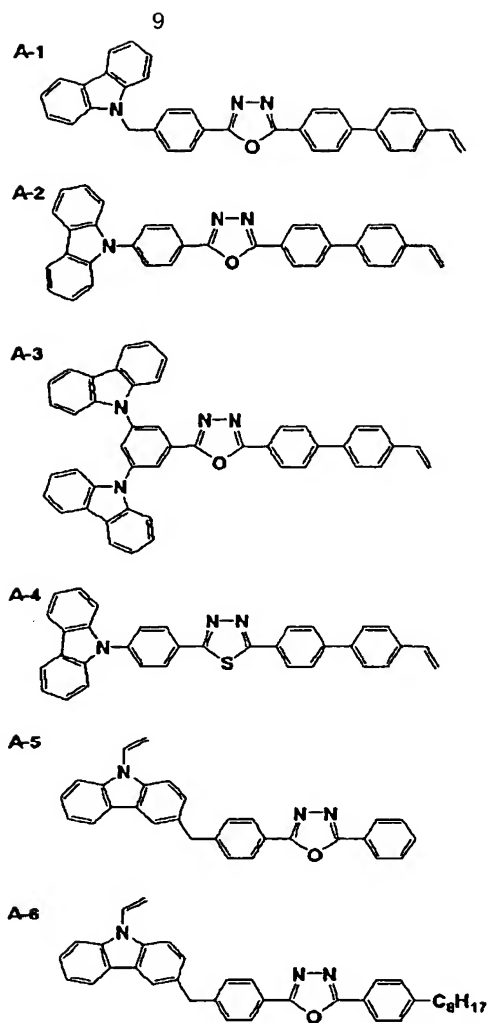
【0028】スルファモイル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、無置換のスルファモイル基、メチルスルファモイル基、ジメチルスルファモイル基、フェニルスルファモイル基、ジフェニルスルファモイル基、ジオクチルスルファモイル基などが挙げられる。)、アルキルカルボニル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、アセチル基、プロピオニル基、ブチロイル基、ラウロイル基などが挙げられる。)、アリールカルボニル基(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~15である。例えば、ベンゾイル基、ナフトイル基などが挙げられる。)、アルキルスルホニル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、メタンスルホニル基、エタンスルホニル基などが挙げられる。)、アリールスルホニル基(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~15である。例えば、ベンゼンスルホニル基、p-トルエンスルホニル基、1-ナフタレンスルホニル基などが挙げられる。)、

【0029】アルコキシカルボニル基(好ましくは炭素

数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基、ブトキシカルボニル基などが挙げられる。)、アリールオキシカルボニル基(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~15である。例えばフェノキシカルボニル基、1-ナフトキシカルボニル基などが挙げられる。)、アルキルカルボニルオキシ基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、アセトキシ基、プロピオニルオキシ基、ブチロイルオキシ基などが挙げられる。)、アリールカルボニルオキシ基(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~15である。例えばベンゾイルオキシ基、1-ナフトイルオキシ基などが挙げられる。)、ウレタン基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、メトキシカルボンアミド基、フェノキシカルボンアミド基、メチルアミノカルボンアミド基などが挙げられる。)、ウレイド基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、メチルアミノカルボンアミド基、ジメチルアミノカルボンアミド基、ジフェニルアミノカルボンアミド基などが挙げられる。)、炭酸エステル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~15である。例えば、メトキシカルボニルオキシ基、フェノキシカルボニルオキシ基などが挙げられる。)などである。以下に好ましいモノマーユニットの具体例、それに続いて具体的な合成反応例をルートともに示すが、本発明はもちろんこれによって限定されるものではない。

【0030】

【化3】



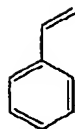
【 0031 】

【 化 4 】

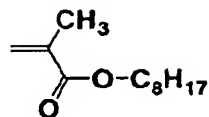


11

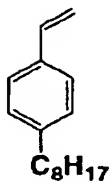
C-1



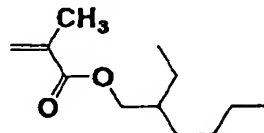
C-6



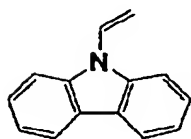
C-2



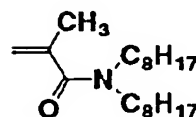
C-7



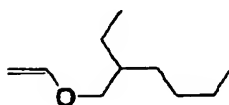
C-3



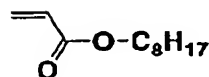
C-8



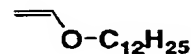
C-4



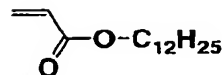
C-9



C-5



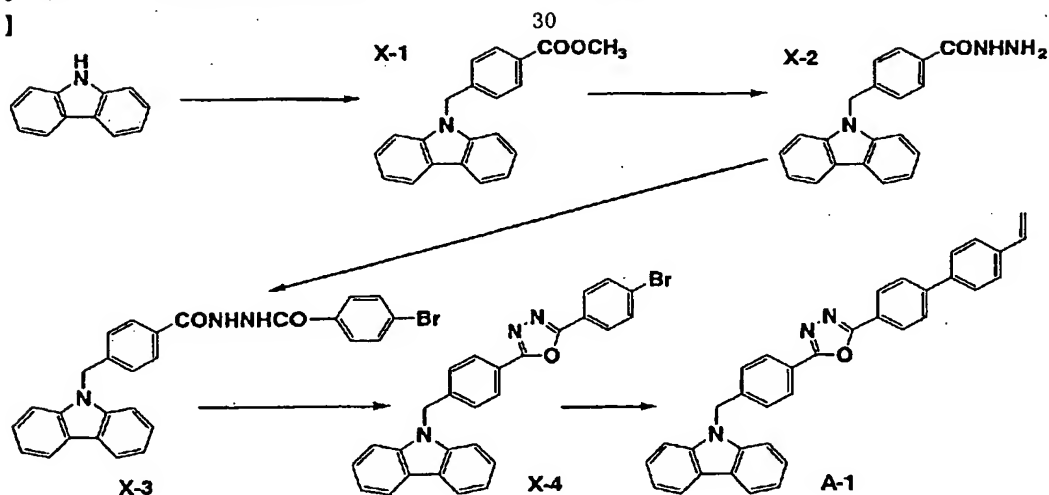
C-10



【0032】 (モノマーの具体的合成方法)

【0033】

【化5】



【0034】 1) モノマーA-1の合成

(化合物X-1の合成) 温度計とリフラスココンデンサーを取り付けた1000mlの三口フラスコにテトラヒドロフラン300ml、カルバゾール50.1g(0.3mol)、4-ブロモメチル安息香酸メチルエステル68.9g(0.3mol)を仕込んだ。磁気攪拌子を用いて内容物を攪拌しながら、ここに

カリウム-*t*-ブトキシド33.6g(0.3mol)を内温が30℃を越えないように徐々に添加した。添加終了後、室温で1時間攪拌の後、還流条件下5時間反応させた。反応終了後、反応混合物を5リットルの水に注ぐと結晶が析出した。この結晶をエタノールから再結晶して化合物X-1の結晶85gを得た。

【0035】(化合物X-2の合成) 温度計とリフラスコスコンデンサーを取り付けた1000mlの三つ口フラスコに、化合物X-1 126g (0.4mol)、エタノール350ml、ヒドラジン1水和物200mlNを仕込み、磁気攪拌子を用いて攪拌しながら、還流条件下5時間反応させた。反応終了後、反応混合物を5リットルの水に注ぐと結晶が析出した。この結晶をエタノールから再結晶して化合物X-2の結晶110gを得た。

【0036】(化合物X-3の合成) 温度計とリフラスコスコンデンサーを取り付けた2000mlの三つ口フラスコに、化合物X-2 126g (0.4mol)、N,N-ジメチルアセトアミド600mlを仕込んだ。磁気攪拌子を用いて内容物を攪拌しながら、ここに氷-メタノール浴を取り付け、内温を0℃まで低下させた。ここに、4-プロモベンゾイルクロリド88g (0.4mol)を内温が20℃を越えないように徐々に滴下した。反応は発熱的に瞬時に起こり、不溶性の白色結晶が析出した。滴下終了後、室温でさらに30分反応させた。反応終了後、アセトニトリル600mlを加えて生成物の結晶を完全に析出させた。析出した結晶を、ヌツェを用いて減圧下濾別した。この結晶をアセトニトリルで洗浄して、化合物X-3の結晶200gを得た。

【0037】(化合物X-4の合成) 温度計とリフラスコスコンデンサーを取り付けた2000mlの三つ口フラスコに、化合物X-3の結晶200g、ポリリン酸1000gを仕込み、油浴を用いて加熱した。始め内容物は粘稠だが、内温が100℃を越えるあたりから流動性を持つようになる。この混合物を、攪拌パネを用いて攪拌しながら、内温160～180℃の条件下5時間反応させた。反応終了後、内温が100℃付近まで低下したところで、内容物を冷水に加

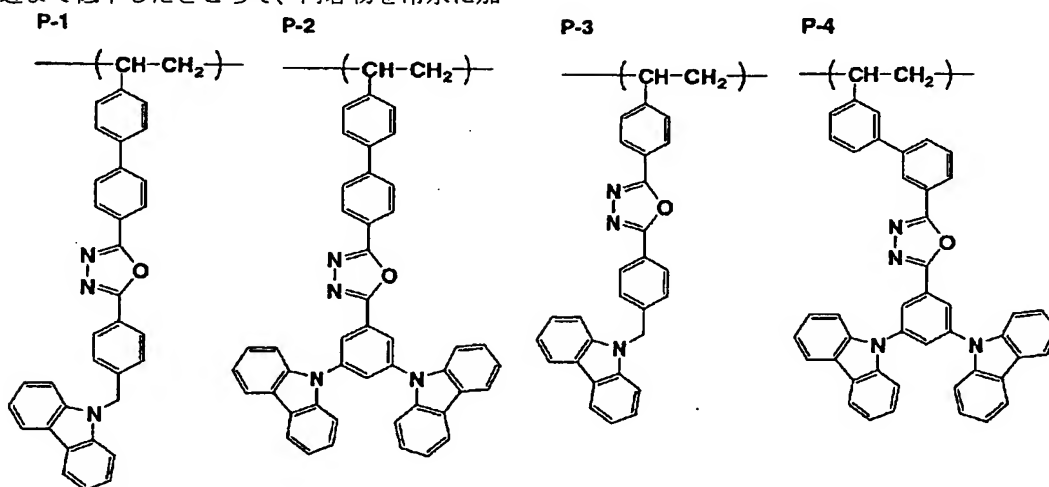
えた。温度が上昇するとともに、白色結晶が析出した。この結晶をテトラヒドロフラン/エタノールの混合溶媒から再結晶して、化合物X-4の結晶147gを得た。

【0038】(モノマーA-1の合成) 温度計とリフラスコスコンデンサーを取り付けた2000mlの三つ口フラスコに、化合物X-4 72g (0.3mol)、重合禁止剤として、2,6-ジ-*t*-ブチル-4-メチルフェノール7g、トリフェニルホスフィン1g、10質量%パラジウム担持活性炭触媒5g、4-フェニルボロン酸74g (0.5mol)、炭酸ナトリウム106g (1.0mol)、ジエチレングリコールジメチルエーテル500ml、水50mlを仕込み、攪拌パネを用いて攪拌しながら、還流条件下5時間反応させた。反応終了後、ここにジエチレングリコールジメチルエーテル500mlをさらに加え、熱時セライトを敷いたヌツェを用いて減圧濾過することにより、触媒を濾別した。濾液にメタノール1リットルを加えると生成物の結晶が析出するので、冷却後これを濾別した。この粗結晶をテトラヒドロフラン/エタノールの混合溶媒から再結晶して、モノマーA-1の結晶77gを得た。

【0039】さらに上記モノマーの重合反応により形成されるポリマー化合物(本発明に好ましく使用されるポリマー)の具体例を以下に例示する。この具体例によって、本発明はもちろん限定されるものではない。下記に示される化学構造式中において、ポリマー主鎖部分の括弧右下の数字はモル分率(%)を意味し、明記されていないものについては、100%すなわち1を意味する。

【0040】

【化6】

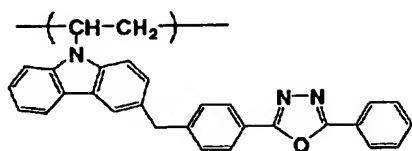


【0041】

【化7】

15

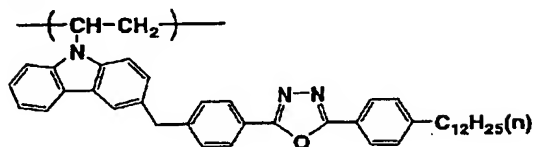
P-5



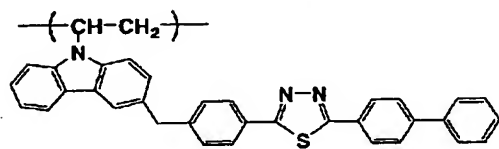
【0043】

【化9】

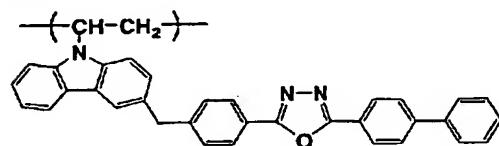
P-6



P-7



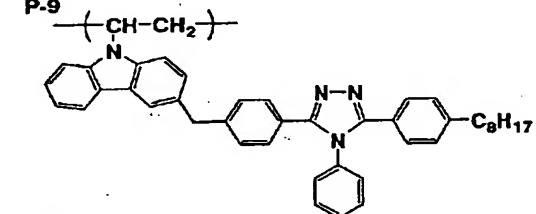
P-8



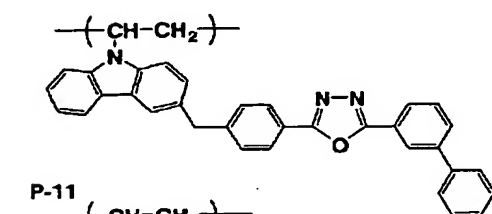
【0042】

【化8】

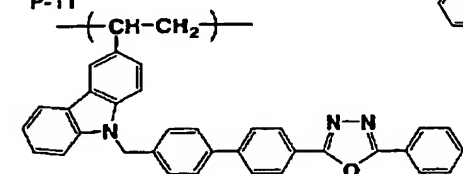
P-9



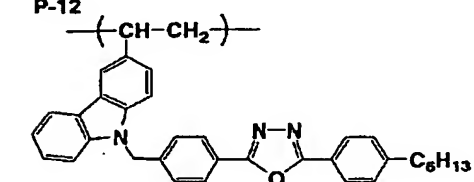
P-10



P-11

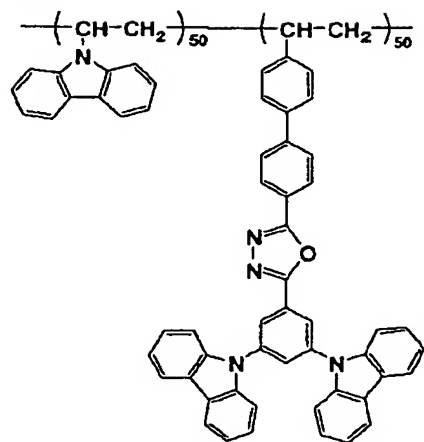


P-12

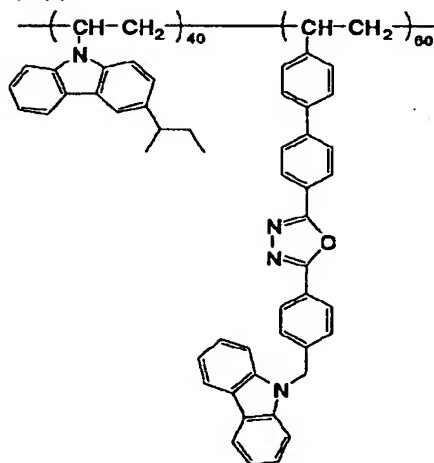


17

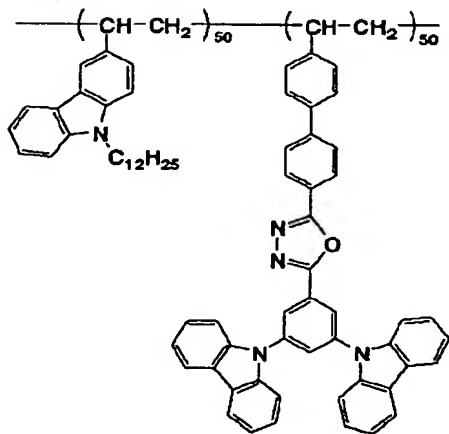
P-13



P-14

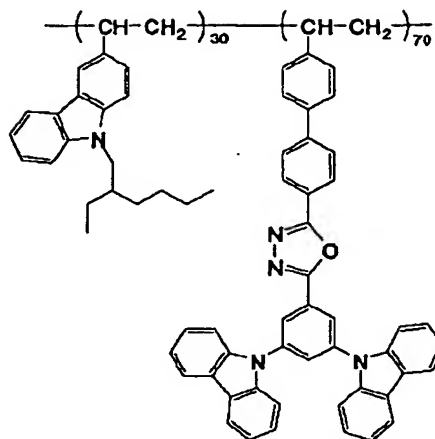


P-15

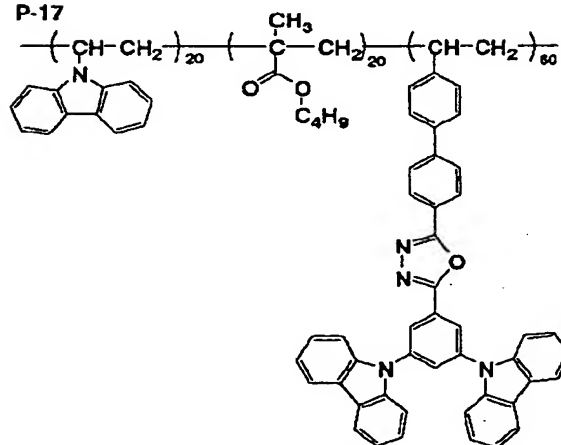


18

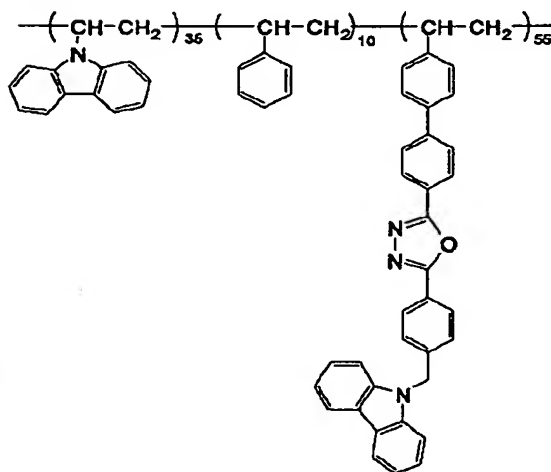
P-16



P-17



P-18

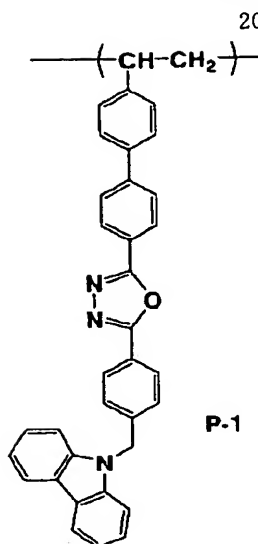
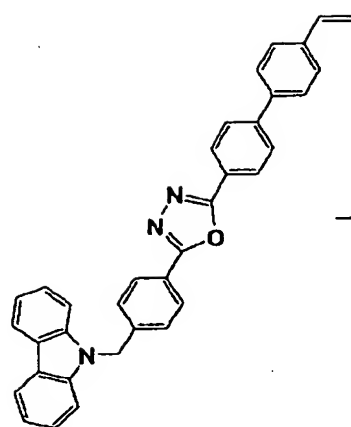


【 0 0 4 4 】 ( ポリマーの具体的合成方法 )

【 0 0 4 5 】

【 化 1 0 】

19



【0046】（ポリマーP-1の合成）温度計、ガス導入管とリフラスココンデンサーを取り付けた500mlの三口フラスコに、モノマーA-1 10g、トルエン200mlを仕込み、窒素気流を通じた。磁気攪拌子を用いて内容を攪拌しながら、内温を70℃にコントロールした。ここに開始剤としてアゾビスイソブチロニトリル（AIBN）を0.1gずつ、1時間おきに5回添加した。添加終了後さらに3時間重合反応を続けると、TLCプレートのチェックでモノマーはすべて消失しているのが確認された。このポリマー溶液を濾過後、3リットルのメタノール中に投入してポリマーの沈殿精製を行い、析出したポリマーを濾別、乾燥した。このようにして、ポリマーP-1をフレーク状の固体として、9.9g得た。

【0047】本発明に使用することができるポリマーは、重合法として、ラジカル重合、イオン重合、縮重合、開環重合などの重合方法によってポリマーに誘導可能である。中でもラジカル重合やイオン重合のような、ビニル重合により得られたポリマーが好ましく使用される。これら重合法については、「高分子合成の実験法」大津・木下共著 化学同人刊(1972)に詳細が記載されている。合成により生成するポリマーの質量平均分子量(M<sub>w</sub>)としては、1000~10000000、好ましくは2000~1000000、特に好ましくは5000~500000である。また、本発明のポリマーは、もちろん他の有機素材や無機素材と併用して有機発光素子材料として使用可能である。併用する有機素材としては低分子有機素材でもポリマーでもよい。

【0048】本発明のモノマーから合成されるポリマーは有機発光素子材料として、正孔注入材料、正孔輸送材料、発光材料、電子輸送材料、電子注入材料いずれとしても使用可能である。

【0049】本発明で使用するポリマーは、単独で使しても、他のポリマーと混合して使してもよい。さらには、低分子化合物と混合して使用することも可能である。

【0050】本発明では、陽極、陰極間に2層以上の発光素子材料が薄膜として塗設された、発光素子の製造方法を与えるものである。その中でも、特に発光素子材料として有機物を用いた有機発光素子の製造方法に関する。本発明の方法では、少なくとも2層以上の素子材料を塗設後、それに物理または化学の後処理を施すことにより、塗設された薄膜の素子材料を変性させ、発光素子材料としての機能を向上させるものである。

【0051】塗設される発光素子材料としては、正孔注入材料、正孔輸送性材料、正孔ブロッキング材料、電子注入材料、電子輸送材料、電子ブロッキング材料、発光材料等、発光素子材料として使用する材料であればいずれのものでもよい。本発明では、上記種々の発光素子材料として有機化合物を好ましく使用する。

【0052】本発明のポリマーを有機発光素子材料として使用する場合、有機発光素子としては発光材料が一重項励起子から発光するもの、三重項励起子から発光するもの（りん光発光性化合物）、両者から発光するもの、いずれの発光材料においても使用可能であるが、特に三重項励起子からの発光が含まれる発光材料との組み合わせが、発光効率という観点から好ましく用いられる。

【0053】本発明で用いられる発光材料は、りん光発光性化合物であるオルトメタル化金属錯体およびポルフィリン金属錯体の少なくとも一つが好ましく用いられ、オルトメタル化金属錯体がより好ましく用いられる。

【0054】本発明で用いられるオルトメタル化金属錯体について説明する。オルトメタル化金属錯体とは、例えば「有機金属化学—基礎と応用—」p150、232 裳華房社 山本明夫著 1982年発行、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」p71-p77, p135-p146 Springer-Verlag社 H. Yersin著 1987年発行等に記載されている化合物群の総称である。前記金属錯体の中心金属としては、遷移金属であればいずれも使用可能であるが、本発明では、中でもロジウム、白金、金、イリジウム、ルテニウム、パラジウム等

を好ましく用いることができる。この中でより好ましいものはイリジウムである。前記オルトメタル化金属錯体の具体的な記載および化合物例は、特願2000-254171号公報の段落番号0152から0180までに記載されている。

【0055】オルトメタル化金属錯体の金属の価数は特に限定しないが、イリジウムを用いる場合には3価が好ましい。オルトメタル化金属錯体の配位子は、オルトメタル化金属錯体を形成しうるものであれば特に問わない。例えば、アリール基置換含窒素芳香族ヘテロ環誘導体（アリール基の置換位置は含窒素芳香族ヘテロ環窒素原子の隣接炭素上であり、アリール基としては例えばフェニル基、ナフチル基、アントラセニル基、ピレニル基などが挙げられ、含窒素芳香族ヘテロ環としては、例えば、ピリジン、ピリミジン、ピラジン、ピリダジン、キノリン、イソキノリン、キノキサリン、フタラジン、キナゾリン、ナフチリジン、シンノリン、ペリミジン、フェナントロリン、ピロール、イミダゾール、ピラゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、チアジアゾール、ベンズイミダゾール、ベンズオキサゾール、ベンズチアゾール、フェナントリジンなどが挙げられる）、

【0056】ヘテロアリール基置換含窒素芳香族ヘテロ環誘導体（ヘテロアリール基の置換位置は含窒素芳香族ヘテロ環窒素原子の隣接炭素上であり、ヘテロアリール基としては例えば前記の含窒素芳香族ヘテロ環誘導体を含む基、チオフェニル基、フリル基などが挙げられる）、7、8-ベンゾキノリン誘導体、ホスフィノアリール誘導体、ホスフィノヘテロアリール誘導体、ホスフィノキシアリール誘導体、ホスフィノキシヘテロアリール誘導体、アミノメチルアリール誘導体、アミノメチルヘテロアリール誘導体等が挙げられる。このうちアリール基置換含窒素芳香族ヘテロ環誘導体、ヘテロアリール基置換含窒素芳香族ヘテロ環誘導体、7、8-ベンゾキノリン誘導体が好ましく、フェニルピリジン誘導体、チオフェニルピリジン誘導体、7、8-ベンゾキノリン誘導体がより好ましく、チオフェニルピリジン誘導体、7、8-ベンゾキノリン誘導体が更に好ましい。

【0057】本発明に用いるポルフィリン金属錯体として好ましくは白金錯体であり、より好ましくは二価の白金錯体である。

【0058】三重項励起子からの発光が観測される有機発光素子としては、イリジウム錯体 (Ir(ppy)<sub>3</sub>:Tris-Ortho-Metalated Complex of Iridium(III) with 2-Phenylpyridine)からの発光を利用した緑色発光素子が報告されている (Applied Physics Letters 75, 4 (1999))。本素子は外部量子収率8%を達しており、従来素子の限界といわれていた外部量子収率5%を凌駕したことが報告されている。

【0059】次に、本発明の化合物を含有する発光素子

に関して説明する。本発明の化合物を含有する発光素子の有機層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法、インクジェット法などの方法が用いられ、特性面、製造面で抵抗加熱蒸着、コーティング法が好ましい。

【0060】本発明の発光素子は陽極、陰極の一对の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄膜（有機化合物層）を形成した素子であり、発光層のほか正孔注入層、正孔輸送層、電子注入層、電子輸送層、保護層などを有してもよく、またこれらの各層はそれぞれ他の機能を備えたものであってもよい。各層の形成にはそれぞれ種々の材料を用いることができる。

【0061】本発明の発光素子は、一般式(1)で表されるポリマーを、少なくとも1種以上の該ポリマーを塗設して成る。高輝度発光および高発光効率、耐久性に優れた発光素子を提供するには、発光素子の有機化合物層において、該ポリマーを0.01~100質量%含有するのが好ましく、より好ましくは1~100質量%含有する。

【0062】陽極は、正孔注入層、正孔輸送層、発光層などに正孔を供給するものであり、金属、合金、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物などを用いることができ、好ましくは仕事関数が4 eV以上の材料である。具体例としては酸化スズ、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化インジウムスズ (ITO) 等の導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロム、ニッケル等の金属、さらにこれらの金属と導電性金属酸化物との混合物または積層物、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロールなどの有機導電性材料、およびこれらとITOとの積層物などが挙げられ、好ましくは、導電性金属酸化物であり、特に、生産性、高導電性、透明性等の点からITOが好ましい。陽極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10 nm~5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは50 nm~1 μmであり、更に好ましくは100 nm~500 nmである。

【0063】陽極は通常、ソーダライムガラス、無アルカリガラス、透明樹脂基板などの上に層形成したものが用いられる。ガラスを用いる場合、その材質については、ガラスからの溶出イオンを少なくするため、無アルカリガラスを用いることが好ましい。また、ソーダライムガラスを用いる場合、シリカなどのバリアコートを施したものを使用することが好ましい。基板の厚みは、機械的強度を保つのに十分であれば特に制限はないが、ガラスを用いる場合には、通常0.2 mm以上、好ましくは0.7 mm以上のものを用いる。

【0064】陽極の作製には材料によって種々の方法が用いられるが、例えばITOの場合、電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、化学反応法（ゾルー

ゲル法など)、酸化インジウムスズの分散物の塗布などの方法で膜形成される。陽極は洗浄その他の処理により、素子の駆動電圧を下げたり、発光効率を高めることも可能である。例えばITOの場合、UV-オゾン処理、プラズマ処理などが効果的である。

【0065】陰極は電子注入層、電子輸送層、発光層などに電子を供給するものであり、電子注入層、電子輸送層、発光層などの負極と隣接する層との密着性やイオン化ポテンシャル、安定性等を考慮して選ばれる。陰極の材料としては金属、合金、金属ハロゲン化物、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物を用いることができ、具体例としてはアルカリ金属(例えばLi、Na、K、Cs等)及びそのフッ化物、アルカリ土類金属(例えばMg、Ca等)及びそのフッ化物、金、銀、鉛、アルニウム、ナトリウム-カリウム合金またはそれらの混合金属、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属、インジウム、イッテリビウム等の希土類金属等が挙げられ、好ましくは仕事関数が4 eV以下の材料であり、より好ましくはアルミニウム、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属等である。

【0066】陰極は、上記化合物及び混合物の単層構造だけでなく、上記化合物及び混合物を含む積層構造を取ることでもある。陰極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10 nm~5  $\mu$ mの範囲のものが好ましく、より好ましくは50 nm~1  $\mu$ mであり、更に好ましくは100 nm~1  $\mu$ mである。

【0067】陰極の作製には電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、コーティング法などの方法が用いられ、金属を単体で蒸着することも、二成分以上を同時に蒸着することもできる。さらに、複数の金属を同時に蒸着して合金電極を形成することも可能であり、またあらかじめ調整した合金を蒸着させてもよい。陽極及び陰極のシート抵抗は低い方が好ましく、数百 $\Omega$ /□以下が好ましい。

【0068】発光層の材料は、電界印加時に陽極または正孔注入層、正孔輸送層から正孔を注入することができると共に陰極または電子注入層、電子輸送層から電子を注入することができる機能や、注入された電荷を移動させる機能、正孔と電子の再結合の場を提供して発光させる機能を有する層を形成することができるものであれば何でもよい。好ましくは発光層に本発明のアミン化合物を含有するものであるが、他の発光材料を用いることもできる。例えばベンゾオキサゾール誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、スチリルベンゼン誘導体、ポリフェニル誘導体、ジフェニルブタジエン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、ナフタリイミド誘導体、クマリン誘導体、ペリレン誘導体、ペリノン誘導体、オキサジアゾール誘導体、アルダジン誘

導体、ピラリジン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、ビススチリルアントラセン誘導体、キナクリドン誘導体、ピロロピリジン誘導体、チアジアゾロピリジン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、スチリルアミン誘導体、芳香族ジメチリデン化合物、8-キノリノール誘導体の金属錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体等、ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフェニレンビニレン等のポリマー化合物等が挙げられる。発光層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常1 nm~5  $\mu$ mの範囲のものが好ましく、より好ましくは5 nm~1  $\mu$ mであり、更に好ましくは10 nm~500 nmである。

【0069】発光層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法(スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など)、LB法、インクジェット法などの方法が用いられ、好ましくは抵抗加熱蒸着、コーティング法である。

【0070】正孔注入層、正孔輸送層の材料は、陽極から正孔を注入する機能、正孔を輸送する機能、陰極から注入された電子を障壁する機能のいずれかが有しているものであればよい。その具体例としては、カルバゾール誘導体、トリアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、ポリアリーラルアルカン誘導体、ピラゾリン誘導体、ピラズロン誘導体、フェニレンジアミン誘導体、アリーラルアミン誘導体、アミノ置換カルコン誘導体、スチリルアントラセン誘導体、フルオレノン誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、シラザン誘導体、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン化合物、芳香族ジメチリデン系化合物、ポルフィリン系化合物、ポリシラン系化合物、ポリ(N-ビニルカルバゾール)誘導体、アニリン系共重合体、チオフェンオリゴマー、ポリチオフェン等の導電性高分子オリゴマー等が挙げられる。正孔注入層、正孔輸送層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常1 nm~5  $\mu$ mの範囲のものが好ましく、より好ましくは5 nm~1  $\mu$ mであり、更に好ましくは10 nm~500 nmである。正孔注入層、正孔輸送層は上述した材料の1種または2種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。

【0071】正孔注入層、正孔輸送層の形成方法としては、真空蒸着法やLB法やインクジェット法、前記正孔注入輸送剤を溶媒に溶解または分散させてコーティングする方法(スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など)が用いられる。コーティング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例えば、ポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェ

ニレンオキシド、ポリブタジエン、ポリ（N-ビニルカルバゾール）、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂などが挙げられる。

【0072】電子注入層、電子輸送層の材料は、陰極から電子を注入する機能、電子を輸送する機能、陽極から注入された正孔を障壁する機能のいずれか有しているものであればよい。その具体例としては、トリアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、フルオレノン誘導体、アントラキノジメタン誘導体、アントロン誘導体、ジフェニルキノロン誘導体、チオピランジオキシド誘導体、カルビジイミド誘導体、フルオレニリデンメタン誘導体、ジスチルピラジン誘導体、ナフタレンペリレン等の複素環テトラカルボン酸無水物、フタロシアニン誘導体、8-キノリノール誘導体の金属錯体やメタルフタロシアニン、ベンゾオキサゾールやベンゾチアゾールを配位子とする金属錯体に代表される各種金属錯体等が挙げられる。電子注入層、電子輸送層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常1nm～5μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは5nm～1μmであり、更に好ましくは10nm～500nmである。電子注入層、電子輸送層は上述した材料の1種または2種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。

【0073】電子注入層、電子輸送層の形成方法としては、真空蒸着法やLB法やインクジェット法、前記電子注入輸送剤を溶媒に溶解または分散させてコーティングする方法（スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など）などが用いられる。コーティング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例えば、正孔注入輸送層の場合に例示したものが適用できる。

【0074】保護層の材料としては水分や酸素等の素子劣化を促進するものが素子内に入ることを抑止する機能を有しているものであればよい。その具体例としては、In、Sn、Pb、Au、Cu、Ag、Al、Ti、Ni等の金属、MgO、SiO、SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、GeO、NiO、CaO、BaO、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>等の金属酸化物、MgF<sub>2</sub>、LiF、AlF<sub>3</sub>、CaF<sub>2</sub>等の金属フッ化物、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメチルメタクリレート、ポリイミド、ポリウレタン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリジクロロジフルオロエチレン、クロロトリフルオロエチレンとジクロロジフルオロエチレンとの共重合体、テトラフルオロエチレンと少なくとも1種のモノマーを含むモノマー混合物を共重合させて得られる共重合体、共重合主鎖に環状構造を有する含フ

素共重合体、吸水率1%以上の吸水性物質、吸水率0.1%以下の防湿性物質等が挙げられる。

【0075】保護層の形成方法についても特に限定はなく、例えば真空蒸着法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法、MBE（分子線エピタキシー）法、クラスターイオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合法（高周波励起イオンプレーティング法）、プラズマCVD法、レーザーCVD法、熱CVD法、ガスソースCVD法、コーティング法、インクジェット法を適用できる。

#### 【0076】

【実施例】以下に本発明の実施例について説明するが、本発明はこれらにより限定されるものでない。

#### 実施例 1

25mm×25mm×0.7mmのガラス基板上にITOを150nmの厚さで製膜したもの（東京三容真空（株）製）を透明支持基板とした。この透明支持基板をエッチング、洗浄した。この基板にポリ〔（3,4-エチレンジオキシ）-2,5-チオフェン〕・ポリスチレンスルホン酸分散物（Bayer社製：Baytron P 固形分1.3%）をスピンコートした後、150℃2時間真空乾燥して膜厚100nmの塗布層を形成した。この上に発光層としてポリ（N-ビニルカルバゾール（PVK）40mg、PBD（2-（4'-t-ブチルフェニル）-5-（4'-フェニル）フェニル）-1,3,4-オキサジアゾール）12mg、発光材料としてクマリン-6 1mgを1,2-ジクロロエタン2mlに溶解した溶液をスピンコートした。この塗布膜の膜厚は約120nmであった。有機薄膜上にパターンニングしたマスク（発光面積が5mm×5mmとなるマスク）を設置し、蒸着装置内でマグネシウム：銀=10:1を250nm共蒸着した後、銀300nmを蒸着し、素子101を作製した。

【0077】上記で得られた素子の発光特性を、東陽テクニカ製ソースメジャーユニット2400型を用いて、直流定電圧をEL素子に印加し発光させ、その輝度をトプコン社の輝度計BM-8、また発光波長については浜松ホトニクス社製スペクトルアナライザーPMA-11を用いて測定した。素子101の印可電圧19Vでの発光輝度は1500cd/m<sup>2</sup>、さらに電圧を上昇させたときの最高輝度（Lmax）は3400cd/m<sup>2</sup>であった。また、発光スペクトルを測定の上、その全スペクトル領域の発光エネルギーを積分して得られた値と、入力エネルギー値の比から換算した発光の外部量子効率を評価したところ、入力エネルギーに対する最高発光外部量子効率（Qexmax）は0.77%であった。

【0078】素子101に対して、表1に記載したように発光層の発光材料、その他の素材を変更した以外は、101と全く同じ素子構成の素子102～123を作製した。これらの素子の発光特性（表中では（初期）と明記）、ならびに素子を窒素雰囲気下、60℃で1週間保存したあとの発光特性を評価した結果（表中では（保存）と明記）を表2に示す。

#### 【0079】



【表 1】

素子 No.	発光材料	その他の素材
101 (比較例)	クマリン-6 1mg	PVK 40mg, PBD 12mg
102 (比較例)	クマリン-6 1mg	PVK 40mg, Q-1 12mg
103 (比較例)	クマリン-6 1mg	H-1 40mg, PBD 12mg
104 (比較例)	クマリン-6 1mg	Q-2 52mg
105 (本発明)	クマリン-6 1mg	P-1 52mg
106 (本発明)	クマリン-6 1mg	P-2 52mg
107 (本発明)	クマリン-6 1mg	P-4 52mg
108 (本発明)	クマリン-6 1mg	P-5 52mg
109 (本発明)	クマリン-6 1mg	P-8 52mg
110 (本発明)	クマリン-6 1mg	P-10 52mg
111 (比較例)	TL-1 1mg	PVK 40mg, PBD 12mg
112 (比較例)	TL-1 1mg	PVK 40mg, Q-1 12mg
113 (比較例)	TL-1 1mg	H-1 40mg, PBD 12mg
114 (比較例)	TL-1 1mg	Q-2 52mg
115 (比較例)	TL-1 1mg	Q-3 52mg
116 (比較例)	TL-1 1mg	Q-4 52mg
117 (本発明)	TL-1 1mg	P-1 52mg
118 (本発明)	TL-1 1mg	P-2 52mg
119 (本発明)	TL-1 1mg	P-4 52mg
120 (本発明)	TL-1 1mg	P-5 52mg
121 (本発明)	TL-1 1mg	P-8 52mg
122 (本発明)	TL-1 1mg	P-10 52mg
123 (本発明)	TL-1 1mg	P-11 52mg

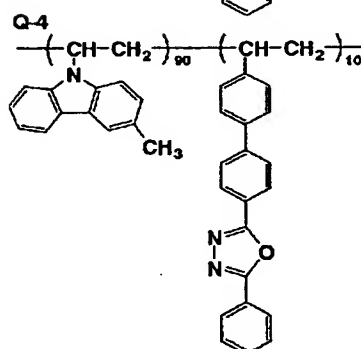
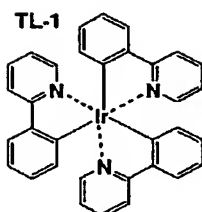
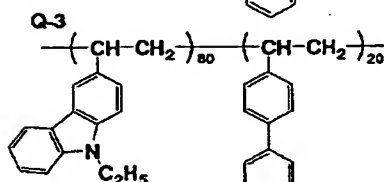
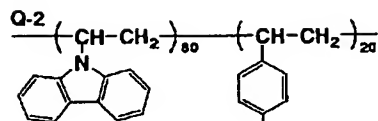
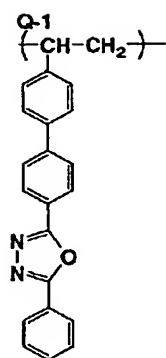
【0080】

20 【0081】

【表 2】

【化 11】

素子 No.	Lmax (初期) (cd/m <sup>2</sup> )	Qexmax (初期) (%)	Lmax (保存) (cd/m <sup>2</sup> )	Qexmax (保存) (%)
101 (比較例)	3300	0.76	540	0.21
102 (比較例)	2400	0.56	510	0.20
103 (比較例)	1600	0.33	350	0.15
104 (比較例)	3000	0.72	1500	0.40
105 (本発明)	6300	1.5	5300	1.3
106 (本発明)	6200	1.3	5000	1.2
107 (本発明)	5800	1.3	5000	1.2
108 (本発明)	6600	1.6	5600	1.4
109 (本発明)	6700	1.6	5500	1.4
110 (本発明)	6200	1.5	5100	1.3
111 (比較例)	26000	8.3	5200	2.3
112 (比較例)	14000	5.1	7500	3.5
113 (比較例)	8800	3.3	3000	1.5
114 (比較例)	14000	5.3	8900	3.3
115 (比較例)	18000	5.7	9100	3.3
116 (比較例)	17000	5.6	8900	3.0
117 (本発明)	33000	10	26000	8.7
118 (本発明)	32000	10	23000	8.6
119 (本発明)	37000	11	29000	8.9
120 (本発明)	38000	11	27000	8.7
121 (本発明)	32000	9.9	23000	8.3
122 (本発明)	34000	10	22000	8.2
123 (本発明)	35000	11	26000	8.7



【0082】表より、クマリン-6を発光材料として用いた発光素子101～104と比較して、本発明のポリマーを用いた105～110の素子では、初期の発光輝度および加熱条件下保存後の発光輝度両者ともに優れていることが分かる。また、三重項励起状態から発光可能な発光材料を用いた素子である111～123の結果において、111～116の比較例と117～123の本発明のポリマーを用いた素子とを比較すると、発光輝度、発光効率ともクマリン-6の場合よりも各段に向上しており、三重項励起状態から発光可能

な発光材料を本発明のポリマーと合わせて用いることは、発光輝度、発光効率にとって有効であることが分かる。

#### 【0083】

【発明の効果】本発明のポリマーを含有することにより、高輝度、高発光効率の発光素子を作成できることが明らかになった。更に、高温保管後の輝度低下が小さく耐久性に優れた素子を提供できる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

H05B 33/14

識別記号

F I

H05B 33/14

ターマコード (参考)

B

F ターム(参考) 3K007 AB00 AB02 AB03 AB13 BB05  
CA01 CB01 CB03 DB03 EB00  
FA01  
4J100 AB07P AB07Q AB07R AL03Q  
AQ06P AQ06Q AQ06R BC43P  
BC43Q BC43R BC44P BC65P  
BC65Q BC65R BC73P BC79P  
BC79Q BC79R BC83P

This Page Blank (uspto)